

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)
Teil 29: Bestimmung von leicht freisetzbarem Sulfid- und Mercaptan-Schwefel als
Sulfid-Index (H 29)

DIN**38409-29**

ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2003-06-30

Entwurf

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge — General measures of effects and substances (group H) —
Part 29: Determination of easily liberatable sulfide-sulfur and mercaptane sulfur as sulfide index (H 29)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues — Détermination générale des effets et dosage des substances (groupe H) — Partie 29: Dosage du sulfure-sulfide et du sulfure-mercaptane aisément libérable comme l'indice sulfide (H 29)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

— vorzugsweise als Datei per E-Mail an naw@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter <http://www.din.de/stellungnahme> abgerufen werden;

— oder in Papierform an den Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Fortsetzung Seite 2 bis 14

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

**Documents**

Document Sharing Hub

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen.....	4
3 Grundlage des Verfahrens.....	4
4 Störungen.....	4
5 Bezeichnung	4
6 Geräte.....	4
7 Reagenzien.....	5
8 Probenahme und Probenvorbehandlung am Entnahmeort	7
9 Durchführung.....	7
10 Auswertung	9
11 Angabe des Ergebnisses	10
12 Analysenbericht.....	10
13 Verfahrenskennndaten	10
Anhang A (informativ) Schematischer Aufbau eines mikrocoulometrischen Titriergerätes	11
Anhang B (informativ) Beispiele für Bestimmungen mit Standardlösungen (nach 7.8 und 7.10).....	12
Anhang C (informativ) Erläuterungen	13
Literaturhinweise	14

Vorwort

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Wasserchemischen Gesellschaft - eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker - aufgestellt (siehe Anhang C).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen erforderlich ist.

Zu DIN 38409 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der "Deutschen Einheitsverfahren" enthält Anhang C.

Die Anhänge A, B und C sind informativ.

Einleitung

Das Verfahren zur Bestimmung des leicht freisetzbaren Sulfid- und Mercaptan-Schwefels als Sulfid-Index ist eine analytische Konvention. Als Ergebnis wird ein Parameter erhalten, welcher für Kontrollzwecke der Wasserbeschaffenheit verwendet wird. Es wird das Sulfid bestimmt, welches unter den beschriebenen Bedingungen aus der Wasserprobe leicht freisetzbar ist.

WARNUNG — Anwender dieser Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des leicht freisetzbaren Sulfid- und Mercaptan-Schwefels als Sulfid-Index fest. Das Verfahren ist geeignet für die Untersuchung von unfiltriertem Wasser und Abwasser in Massenkonzentrationen von 0,04 mg/l bis 100 mg/l. Durch Verringerung des Wasserproben-volumens können auch höhere Massenkonzentrationen bestimmt werden.

Gelöste Sulfide und flüchtige Mercaptane werden vollständig, ungelöste Sulfide werden je nach Löslichkeit und Alterungszustand ganz oder teilweise erfasst, wie z. B. die Sulfide des Eisens oder Mangans. Manche Sulfide werden nahezu nicht erfasst, wie z. B. Quecksilbersulfid. Höhersiedende Mercaptane werden nicht erfasst. Disulfide und Thioether reagieren nicht. Der Sulfidanteil von Polysulfiden wird nach diesem Verfahren nur unvollständig erfasst.

Es ist davon auszugehen, dass die nach den beiden Sulfid-Bestimmungsverfahren DIN 38405-27 und DIN 38409-29 erhaltenen Ergebnisse nicht gleichwertig sind.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 12680-1, *Laborgeräte aus Glas — Messzylinder mit Strichteilung*.

DIN 12691, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnell ablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS*.

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben (ISO 1042:1998); Deutsche Fassung EN ISO 1042 : 1999*.

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*.

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Proben (ISO 5667-3:1994); Deutsche Fassung EN ISO 5667-3:1995*

3 Grundlage des Verfahrens

Die leicht freisetzbaren Sulfide und Mercaptane werden nach Ansäuern mit Phosphorsäure durch Ausblasen in eine mikrocoulometrische Messzelle überführt. Dabei wird das Gas im Kreislauf geführt. Flüchtige Mercaptane und der Schwefelwasserstoff werden durch iodometrische Titration mit elektrochemischer Reagenzerzeugung bestimmt und als Sulfid-Index quantifiziert.

ANMERKUNG In der Wasserprobe enthaltenes gelöstes Sulfid kann durch Zugabe von Zinkacetat stabilisiert werden.

4 Störungen

Thiosulfat stört die Bestimmung, Ammoniak stört bis zu Massenkonzentrationen von 100 mg/l nicht.

5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur mikrocoulometrischen Bestimmung des leicht freisetzbaren Sulfid- und Mercaptan-Schwefels als Sulfid-Index (H 29):

Verfahren DIN 38409 — 29

6 Geräte

6.1 Ausblasapparatur

Ausblasapparatur zur Sulfidabtrennung, z. B. nach Bild A.1, bestehend aus beheizbarem Reaktionsgefäß mit bis zum Boden reichendem Gaseinleitungsrohr und geschlossener Gaskreislaufführung in die Titrationszelle mit Pumpe.

6.2 Titriergerät

Titriergerät zur mikroculometrischen Titration, mit dicht schließenden Einführungen für den Gaskreislauf, mit Indikation des Äquivalenzpunktes (z. B. biamperometrisch), coulometrischer Reagenzerzeugung, Erfassung der Ladungsmenge und Ausgabe des Messergebnisses.

6.3 Injektionsspritzen

Empfohlene Größen für die Injektionsspritzen sind:

- 100 µl mit fester Kanüle für die regelmäßige Prüfung der Funktionsfähigkeit des Titriergerätes;
- 1 ml oder 2 ml für die Dosierung von hochbelasteten Proben und
- 10 ml für die Dosierung von Proben mit geringen Gehalten an Sulfid (< 1 mg/l).

ANMERKUNG Spritzen mit einem Bohrungsdurchmesser zwischen 0,5 mm und 0,8 mm haben sich als geeignet erwiesen.

6.4 Magnetrührer mit Rührstab

6.5 Vollpipetten, Nennvolumen 10 ml, z. B. Pipette DIN 12691 — VPAS 10

6.6 Messkolben, Nennvolumen 100 ml und 1000 ml, z. B. Messkolben ISO 1042 — A100 — C

6.7 Messzylinder, Nennvolumen 500 ml, z. B. Messzylinder DIN 12680 — ME 500

6.8 Verschließbare Flaschen, z. B. Steilbrustflasche mit Schliffstopfen, Nennvolumen 500 ml; verschließbare Flaschen aus Glas (10 ml bis 50 ml) zur Aufbewahrung von Teilprobenvolumina

7 Reagenzien

Nur Reagenzien mit dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ verwenden.

7.1 Wasser

7.1.1 Wasser zur Herstellung von Reagenzien

Wasser der Qualität 2 nach DIN ISO 3696 verwenden.

7.1.2 Sauerstoffarmes Wasser

Wasser der Qualität 2 (7.1.1) durch geeignete Maßnahmen, z. B. Auskochen oder Begasen mit Stickstoff (etwa 20 min) von Sauerstoff befreien.

7.2 Sauerstoffarmes Methanol (CH₃OH)

- Methanol durch geeignete Maßnahmen, z. B. Begasen mit Stickstoff (etwa 20 min) von Sauerstoff befreien.